

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-025664

(43)Date of publication of application : 03.02.1988

---

(51)Int.Cl.

G03G 9/08

---

(21)Application number : 61-167771

(71)Applicant : TOYO INK MFG CO LTD

(22)Date of filing : 18.07.1986

(72)Inventor : SATSUTA KEISUKE  
IDA YASU HARU

---

## (54) PREPARATION OF TONER

### (57)Abstract:

PURPOSE: To form spherical toner particles and to obtain the toner superior in fluidity and triboelectrification characteristics by dissolving or dispersing toner components into a volatile solvent of  $\leq 100^{\circ}$  C boiling point, mixing this solution or dispersion with water containing a dispersion stabilizer, stirring the mixture to emulsify it, and removing the volatile solvent.

CONSTITUTION: The toner components are dissolved or dispersed into the volatile solvent of  $\leq 100^{\circ}$  C boiling point, this obtained solution or dispersion is mixed with the water containing the dispersion stabilizer, the mixture is stirred and emulsified, and the volatile solvent is removed from this emulsion to obtain spherical toner particles. The toner is composed of a toner resin, a wax, an electrification controller, a dye of pigment, a magnetic powder, and other additives. The one-component type toner comprises 40W70pts.wt. of the resin, 1W5pts.wt. of the wax, 1W5pts.wt. of the electrification controller, 0W3pts.wt. of the pigment, and 30W60pts.wt. of the magnetic powder, and the like, and the binary-component type toner is composed of 60W95pts.wt. of the resin, 1W5pts.wt. of the wax, 0.1W5pts.wt. of the electrification controller, 2W6pts.wt. of the pigment, 0W30pts.wt. of the magnetic powder, and the like.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-25664

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>  
G 03 G 9/08

識別記号  
3 8 1

庁内整理番号  
7381-2H

⑭ 公開 昭和63年(1988)2月3日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 トナーの製造方法

⑯ 特 願 昭61-167771

⑰ 出 願 昭61(1986)7月18日

⑱ 発 明 者 薩 埴 恵 介 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内  
⑲ 発 明 者 飯 田 保 春 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内  
⑳ 出 願 人 東洋インキ製造株式会社 東京都中央区京橋2丁目3番13号

明 細 書

1. 発明の名称 トナーの製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 沸点が100℃以下である揮発性溶剤にて電子写真用トナー成分を溶解および分散した液を、分散安定剤を有する水と混合攪拌して乳化し、前記揮発性溶剤を乳化液中より除去することにより、実質的に球状のトナーを製造する方法。

3. 発明の詳細な説明

〔発明の目的〕

〔産業上の利用分野〕

本発明は、染料、顔料、磁性粉、電荷調整剤等を樹脂もしくはワックスのようなトナー用樹脂に配合した電子写真用のトナーを製造する方法に関する。

〔従来の技術〕

電子写真用トナーの製造方法としては、染料、顔料、磁性粉等をトナー用樹脂に溶融混練りによって分散し、これを機械的に粉碎、分級して得る方法が一般的である。

しかしながら、この方法で得られるトナーは、不

定形であり、均一な電荷が得られにくい、流動性が悪い等の欠点が指摘されている。

また、溶融混練り、粉碎に要する電気エネルギーの消費は膨大であり、いわゆる粉碎法以外の方法によってトナーを製造する方法が種々提案されている。

上記粉碎法以外の方法としては、噴霧乾燥法、乳化重合法、界面重合法、懸濁重合法等が知られている。

しかしながら、噴霧乾燥法は、防曇の対応および溶剤の回収を必要とすること、乳化重合法ではトナーとしては、粒径が小さすぎること、着色材成分の混入が困難であること、界面重合法、懸濁重合法等では、使用できるトナー成分の樹脂に制約が生じる等の理由があり、粉碎法と比較してかならずしも優れた方法とはなり得ていないようである。

しかしながら、トナーの流動性を向上させること、また、電荷の均一化等を目的としてトナーの球状化および、粉碎法による電氣的エネルギーの省力化をめざして、種々の製造法が検討されている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明は、得られる粒子の形状を球状化し、優れ

た流動性と摩擦帯電特性を持つトナーを得ることを目的とするものである。

(発明の構成)

(問題点を解決するための手段)

本発明は、沸点が100℃以下である揮発性溶剤にて電子写真用トナー成分を溶解および分散した液を、分散安定剤を有する水と混合攪拌して乳化し、前記揮発性溶剤を乳化液中より除去することにより、実質的に球状のトナーを製造する方法である。

本発明にて電子写真用トナー成分としては、トナー用樹脂、ワックス、電荷調整剤、染料、顔料、磁性粉その他の添加剤等をいい、一成分系および二成分系トナーいずれについても適用しうる。

本発明にて、トナー用樹脂としては、ポリスチレン系、スチレンとアクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、アクリロニトリルあるいはマレイン酸エステル等とのスチレンを含む共重合体系、ポリアクリル酸エステル系、ポリメタクリル酸エステル系、ポリエステル系、ポリアミド系、ポリ酢酸ビニル系、エポキシ系、フェノール系、炭化水素系、石油系等の樹脂を例示することができ、これらを単独ないし、

ケン、コロイダルシリカ等を使用することができる。

着色材としては、亜鉛黄、黄色酸化鉄、ハンザイエロー、ジスアゾイエロー、キノリンイエロー、パーマネントイエロー、パーマネントレッド、ベンガラ、リソールレッド、ウォッチャンレッドCa塩、ウォッチャンレッドMn塩、ビラゾロンレッド、レーキレッドC、レーキレッドD、ブリリアントカーミン6B、ブリリアントカーミン3B、紺青、フタロシアニンプール、無金属フタロシアニン、酸化チタン、カーボンブラック等の顔料ないし、油溶性の染料を使用することができる。

磁性粉は、各種フェライト、マグネタイト、ヘマタイト等の鉄、亜鉛、コバルト、ニッケル、マンガン等の合金ないし化合物等を使用することができる。

これら磁性粉は、球状ないしキュービック状正八面体状等で0.1～0.5ミクロンの平均粒径を有するものが好ましく、樹脂溶液への良好な分散を有するように表面処理、例えば、脂肪酸等による疎水処理、シランカップリング剤処理、樹脂コート処理等を施したものであってもよい。

上記電子写真用トナー成分を溶解および分散させ

混合して使用することができる。

これらの樹脂は、後述する沸点が100℃以下の溶剤に対して溶解性の良いものを使用する。

ワックスは、トナーの耐オフセット性等を向上させるために用いるものであり、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、マイクロクリスタリンワックス、パラフィンワックス、酸化ワックス、植物性ワックス、動物性ワックス、鉱物ワックス等が例示でき、必要に応じ、単独ないし混合して使用することができる。

これらのワックスは、後述する沸点が100℃以下の溶剤に対して必ずしも溶解せず、膨潤ないし分散した状態においても使用できる。

電荷調整剤は、スピロンブラック、オイルブラック、フェットシェバルツ-HBN、ニグロシンベース、ブリリアントスピリット、ザボンジュバルツX、セレスシェバルツRG等の染料、銅フタロシアニン染料、合金染料、C.I.ソルベントブラック1、2、3、5、7、C.I.アシッドブラック123、22、23、28、42、43、第4級アンモニウム塩、ナフテン酸金属塩、脂肪酸もしくは樹脂酸の金属石

る溶剤としては、水中より溶剤を蒸発除去するため、沸点が100℃以下の溶剤を用いる。また、溶剤が水に混和しやすいと樹脂の析出が瞬時に生じるため、水との混和性の少ないものを用いる。

このような溶剤としては、ジクロロメタン、トリクロロメタン、テトラクロロメタン、ジクロルエタン、1,1,1-トリクロロエタン、トリクロルエチレン、のハロゲン化炭化水素系溶剤、エチルエーテル、イソプロピルエーテルのエーテル系溶剤、ヘキサン、ベンゼン等の炭化水素系溶剤が使用できる。

本発明にて、電子写真用トナー成分は、一成分系のトナーとしては、樹脂40～70重量部、ワックス1～5重量部、電荷調整剤0.1～5重量部、顔料0～3重量部、磁性粉30～60重量部等の組成、また、二成分系のトナーとしては、樹脂60～95重量部、ワックス1～5重量部、電荷調整剤0.1～5重量部、顔料2～6重量部、磁性粉0～30重量部等から構成されるもので、該成分を前記沸点が100℃以下の溶剤にて溶解および分散させる。

溶解および分散は、溶剤および樹脂の種類によって多少の差異はあるが、電子写真用トナー成分10

～70重量部に対して、溶剤30～90重量部であり、トナー成分を一度にボールミル、アトライター、ダイノミル等により分散させる方法あるいは、あらかじめ樹脂等を溶剤にて溶解させた後、残りの成分を加えて分散させる方法等が用いられる。

上記トナー成分の溶解分散液は、分散安定剤を有する水と混合攪拌を行なう。

分散安定剤としては、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ヒドロキシエチルセルロース、セルロースガム、シリカ微粉末、ラウリル硫酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム等の水溶性高分子化合物、金属酸化物、界面活性剤等である。

これらの分散安定剤は、粒子の微小化および粒径の均一化の作用を与える。

混合攪拌は、分散安定剤を有する水にトナー成分の溶解分散液を加えて行なう方法あるいは、その逆に、溶解分散液に分散安定剤を有する水を加えて行なう方法いずれも行なうことができる。

混合攪拌は、高速攪拌機および超音波分散機等で行なうことができる。

高速攪拌機としては、ホモミキサー、ホモジナイ

ザー、ホモディスパー等が使用でき、数千回転以上の攪拌を行う。

本発明にて沸点100℃以下の溶剤は、高速攪拌等による混合操作中に常温においても乳化液中より揮散して、トナー成分の微粒化球状の析出を生ずるが、溶剤の揮散を促進するために、加温することないし減圧下で行なうことも有効である。

溶剤の揮散を確認した後、洗浄、遠心分離、口過、乾燥等の操作をして球状の微粒化したトナーを得ることができる。

必要に応じて、トナー表面の疎水化処理、分級、シリカ等流動性改良剤とな混合が行なわれる。

以下、実施例によって本発明を説明する。

#### 実施例1

下記処方でトナー成分の分散液を製造した。

スチレン- <i>n</i> -ブチルアクリレート共重合体(85:15)	52.5重量部
ポリエチレンワックス	3.0重量部
カーボンブラック	1.5重量部
電荷調整剤(ボントロンN-01 オリエン特化学 調製)	2.0重量部

実施例1と同様の方法にて微小の球状化トナーを得た。

#### 実施例3

実施例1にて、乳化分散の開始と同時に、徐々に加温し、液温が50℃になるまで加温をつづけ、ジクロロメタンの溶剤臭がなくなるまで攪拌を続けた。

その後、実施例1と同様の操作をくり返して、微小の球状化したトナーを得た。

以上のトナー100重量部に対して0.3重量部のプラス荷電性のシリカと乾式混合し、市販の複写機(キャノン調製 NP-150Z)にて印字したところ、カブりのない良好な画像を得ることができた。(発明の効果)

本発明は、混練り、粉碎等に要する電氣的エネルギーを省力化でき、しかも回収のしやすい低沸点の溶剤を用いることで、微小球状化したトナーが得られる。

磁性粉EPT-500(戸田工業製) 37.5重量部  
ジクロロメタン 232.5重量部

ボールミルにて15時間分散してグラビアイソキ状の分散液を得た。

上記分散液75重量部をポリビニルアルコール1%溶液500重量部に投入し、ウルトラホモミキサー(UH-1型 日本精機調製)にて10000rpmにて乳化分散をつづけた。

ジクロロメタン臭のなくなった時点で攪拌をやめ、洗浄デカンテーションを数回くり返した後、スプレードライヤーにて乾燥し、25μ以上の粒子がなくなるように分級し、微小の球状化したトナーを得た。

#### 実施例2

実施例1で得たグラビアイソキ状の分散液75重量部をエロシルA-200(日本アエロジル調製)2重量部を精製水500重量部に分散させた液に投入し、実施例1と同様の方法にて微小の球状化トナーを得た。

また、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム2重量部を精製水500重量部に溶解させた液に投入し、

特許出願人

東洋インキ製造株式会社